

1/1 WPAT - (C) Derwent  
 AN - 1995-275429 [36]  
 XR - 1994-316979  
 XA - C1995-124911  
 TI - Pressure sensitive adhesive sheet used for PSA tapes and liners - has  
       acrylate-based PSA and release film of polyolefin and opt. layer of  
       polybutylene  
 DC - A18 A81 G03  
 PA - (MINN) MINNESOTA MINING & MFG CO  
       - (MINN) 3M INNOVATIVE PROPERTIES CO  
 IN - MEYER SR; GEORGE CA; JOHNSON MA; KITANO S; OGATA K; SATO S;  
 SHINOZAKI  
       K; TUMEY ML; WILLETT PS  
 NP - 6  
 NC - 21  
 PN - WO9520635      A2 19950803 DW1995-36 C09J-007/02 Eng 14p \*  
       AP: 1995WO-US01270 19950130  
       DSNW: CA CN JP KR  
       DSRW: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE  
 - WO9520635      A3 19950824 DW1996-19 C09J-007/00  
       AP: 1995WO-US01270 19950130  
 - EP-742814      A1 19961120 DW1996-51 C09J-007/02 Eng  
       FD: Based on WO9520635  
       AP: 1995EP-0908758 19950130; 1995WO-US01270 19950130  
       DSR: DE ES FR GB IT  
 - \*\*\*JP09508431\*\*\*      W 19970826 DW1997-44 C09J-007/02 18p  
       FD: Based on WO9520635  
       AP: 1995JP-0520248 19950130; 1995WO-US01270 19950130  
 - KR97700741      A 19970212 DW1998-09 C09J-007/02  
       FD: Based on WO9520635  
       AP: 1995WO-US01270 19950130; 1996KR-0704021 19960725  
 - US6228449      B1 20010508 DW2001-28 C09J-007/02  
       AP: 1994US-0189314 19940131  
 PR - 1994US-0189314 19940131  
 CT - EP-460841 (Cat. A); GB-676559 (Cat. A); JP05078628 (Cat. A);  
       JP61103976 (Cat. A); WO9306182 (Cat. A);

THIS PAGE BLANK (USPTO)

No-SR.Pub; 4.Jnl.Ref

IC - C09J-007/00 C09J-007/02 B32B-027/30 B32B-027/32 B60R-013/06  
C08F-283/10 C09K-003/00

AB - WO9520635 A

Sheet material comprises: (i) a pressure sensitive adhesive(PSA) film comprising an acrylate-based PSA; and (ii) a release film comprising a first layer of polyolefin with a density of no greater than 0.90 g/cc and a compsn. distribution breadth index (CDBI) of greater than 70%.  
(i) is in contact with (ii).

- USE - The sheet is used for pressure sensitive adhesive tapes that can unwind from a roll without the adhesive sticking to the backside of the tape. The release coating can also be coated onto a liner which serves as a carrier for a PSA transfer tape of double coated tape.
- ADVANTAGE - The release coating does not have the disadvantages of silicone release coatings such as the potential contamination associated with them. Silicone release materials also tend to be costly and silicone coated materials may be difficult to recycle.

(Dwg.0/0)

MC - CPI: A04-F01A1 A04-G01B A08-M03 A12-A01 A12-A05B1 G02-A05D  
G03-B02D1

G03-B04

UP - 1995-36

UE - 1996-19; 1997-44; 1998-09; 2001-28

UE4 - 2001-05

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平9-508431

(43) 公表日 平成9年(1997)8月26日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I
C 0 9 J 7/02	J J W	6904-4 J	C 0 9 J 7/02 J J W
B 3 2 B 27/30		9633-4 F	B 3 2 B 27/30 A
27/32		9156-4 F	27/32 C
C 0 9 J 7/02	J K T	6904-4 J	C 0 9 J 7/02 J K T
	J K Y	6904-4 J	J K Y
審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 18 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平7-520248  
 (86) (22) 出願日 平成7年(1995)1月30日  
 (85) 翻訳文提出日 平成8年(1996)7月25日  
 (86) 国際出願番号 P C T / U S 9 5 / 0 1 2 7 0  
 (87) 国際公開番号 W O 9 5 / 2 0 6 3 5  
 (87) 国際公開日 平成7年(1995)8月3日  
 (31) 優先権主張番号 0 8 / 1 8 9 , 3 1 4  
 (32) 優先日 1994年1月31日  
 (33) 優先権主張国 米国 (U S)  
 (81) 指定国 E P (A T , B E , C H , D E ,  
 D K , E S , F R , G B , G R , I E , I T , L U , M  
 C , N L , P T , S E ) , C A , C N , J P , K R

(71) 出願人 ミネソタ・マイニング・アンド・マニュフ  
 ァクチュアリング・カンパニー  
 アメリカ合衆国55133-3427、ミネソタ州、  
 セント・ポール、ポスト・オフィス・ボッ  
 クス 33427番、スリーエム・センター  
 (番地の表示なし)  
 (72) 発明者 メイヤー、スコット・アール  
 アメリカ合衆国55133-3427、ミネソタ州、  
 セント・ポール、ポスト・オフィス・ボッ  
 クス 33427番 (番地の表示なし)  
 (74) 代理人 弁理士 青山 稔 (外2名)

(54) 【発明の名称】 新規のシート材料

## (57) 【要約】

(1) アクリレート系感圧接着ポリマーを含んで成る感  
 圧接着フィルム、および (11) 密度が約 0.90 g / c  
 c 以下のポリオレフィンポリマーから構成される剥離フ  
 ィルムを含んで成り、かつ感圧接着フィルムがポリオレ  
 フィンポリマーと接触しているシート材料。

## 【特許請求の範囲】

1. (i) アクリレート系感圧接着ポリマーを含んで成る感圧接着フィルム、および

(ii) 密度が約 $0.90\text{ g/cc}$ （立方センチメートル）以下でかつCDBIが約70%を超えるポリオレフィンポリマーを含有する第1層から構成される剥離フィルム

を含んで成り、かつ感圧接着フィルムが剥離フィルムの第1層と接触しているシート材料。

2. ポリオレフィンポリマーの密度が $0.89\text{ g/cc}$ 以下である請求項1に記載のシート材料。

3. ポリオレフィンポリマーの密度が $0.88\text{ g/cc}$ 以下である請求項1に記載のシート材料。

4. ポリオレフィンポリマーが、エチレンと、 $\alpha$ -オレフィンである他のモノマー少なくとも1種とのコポリマーである請求項1に記載のシート材料。

5.  $\alpha$ -オレフィンがブテン-1である請求項4に記載のシート材料。

6. 第1層が、約 $0.91\text{ g/cc}$ 以上の密度を有するポリオレフィンポリマーを実質上含まない請求項1に記載のシート材料。

7. 第1層が、本質的にポリオレフィンポリマーから成る請求項1に記載のシート材料。

8. シリコーン剥離コーティングを実質上含まない請求項1に記載のシート材料。

9. 剥離フィルムが、更にポリブチレンポリマーを含有する第2層を含んで成る請求項1に記載のシート材料。

10. 剥離フィルムの第1層および第2層を同時押出する請求項9に記載のシート材料。

11. 渦巻き状に巻いたロールの形態での請求項1に記載のシート材料。

12. (i) アクリレート系感圧接着ポリマーを含んで成る感圧接着フィルム

および

(ii) 密度が約 $0.90\text{ g/cc}$ 以下のポリオレフィンポリマーを含有する第1層、およびポリブチレンホモポリマーまたはコモノマー約5重量%以下を含有するポリブチレンコポリマーを含んで成る第2層から構成される剥離フィルムを含んで成り、かつ感圧接着フィルムが剥離フィルムの少なくとも一方の層と接触しているシート材料。

**【発明の詳細な説明】****新規のシート材料****発明の分野**

本発明は、感圧接着テープ用剥離ライナーに関する。

**発明の背景**

剥離コーティングは、テープが、テープの裏面に粘着する接着剤を用いずにロールから巻き戻すことができるように剥離表面を提供する感圧接着テープ産業において周知である。剥離コーティングを、感圧接着変換テープまたは両面塗布テープ（両者共、テープの両面に粘着性がある。）のためのキャリアーとして役立つライナーの上にも塗布することもできる。

通常、剥離表面およびコーティング用に使用される材料は、「最高の(premium)」剥離（すなわち、テープを巻き戻す力が非常に小さいこと）から、典型的により大きな巻き戻す力が必要な「低接着性裏糊付け」剥離までの様々なレベルを提供するように配合できるため、シリコン組成物である。

シリコン剥離コーティングの主な欠点は、それに関連し得る潜在的な汚れである。作業者がシリコン剥離塗布したテープまたはライナーを取り扱うときに、シリコンが作業者の手、作業用手袋、または衣服に付くことがある。さらに、シリコンは、作業者の手から印刷される表面に移って、汚れた表面に対する塗料の接着性低下、およびシリコンが表面に存在する領域での塗料の非濡れ性のような問題を引き起こすこともある。シリコン剥離材料は、コストが高い傾向もあり、シリコン塗布した材料は、リサイクルが困難となることもある。

ポリエチレンも剥離材料として使用されており、剥離ライナー用のクラフト紙上に被覆できるか、あるいは単層フィルム、またはポリエチレンを高強度ポリエチレンのようなベース層と共に同時押出したもしくはベース層にポリエチレンをラミネートした多層フィルム等として使用できる。より高密度のポリエチレンは、特定の接着剤への使用に制限されており、ライナーを除去し始めるのが困難になることがあるほどポリエチレンと接着剤の間の接着性が強いために、非常に接着



性の強い感圧接着剤には不適當であることが分かっている。剥離力が高いことから、接着剤および／またはライナーも、ライナーから接着剤を分離しようとする際に損傷を受けることがある。

シリコーン剥離ライナーを有しない感圧接着剤のための制御された剥離ライナーが必要とされている。

### 発明の簡単な総説

本発明は、(i) アクリレート系感圧接着ポリマーを含んで成る感圧接着剤フィルム、および(ii) 密度が約 $0.90\text{ g/cc}$ を以下でかつCDBIが約70%を超えるポリオレフィンポリマーを含有する第1層から構成される剥離フィルムを含んで成り、かつ感圧接着剤フィルムが剥離フィルムの第1層と接触している新規のシート材料を提供するものである。

好ましい態様では、シリコーン剥離コーティングを実質上含まないシート材料を提供するものである。

別の好ましい態様において、剥離フィルムは、好ましくはポリブチレンである第2層である

### 詳細な説明

発明の実施において、剥離フィルムの第1層に有用な材料は、エチレンと炭素数3～約10の $\alpha$ -オレフィンとのコポリマーである。適する $\alpha$ -オレフィンとしては、ブテン-1、ヘキセン-1、オクテン-1、およびそれらの組み合わせが挙げられる。アクリレート系感圧接着剤と共に使用する場合、エチレンとブテン-1とのコポリマーが好ましい。

コポリマーは、一般に、非常に低い密度のポリエチレン(VLDPE)とみなされ、「プラストマー(plastomers)」として記されており、ポリマーは熱可塑性および弾性特性を有する。好ましいコポリマーの密度は、 $0.90\text{ g/cc}$ (立方センチメートル:cubic centimeter)以下である。 $0.89\text{ g/cc}$ 以下である密度のコポリマーがより好ましく、 $0.88\text{ g/cc}$ 以下である密度のコポリマーが最も好ましい。コポリマーの密度が低いほど、剥離値が低くなることが分かっており、様々な種類のコポリマーをブレンドすることにより、値を変化する

ことができる。

有用なコポリマーは、好ましくは、多分散度が約1～4の間、特に約1.5～3.5の間で定義されるような狭い分子量分布を有する。多分散度は、重量平均分子量と数平均分子量との比として定義される。

有用なコポリマーは、「組成分布幅指数 (composition distribution breadth index)」（以後、本発明の特許請求の範囲を含めて「CDBI」とよぶ。）を特徴とする変数によって定義され得る。CDBIは、コポリマー分子の重量%として定義され、平均合計モル・モノマー含量の50%以内（すなわち、±50%）のモノマー含量を有する。CDBIおよびその決定方法は、米国特許第5,206,075号に記載され、それらはここに挿入される。本発明において使用するのに適するコポリマーのCDBIは、好ましくは約70%を超え、特に好ましくは約80%を超え、最も好ましくは約90%を超える。

適するコポリマーは、エクソン (Exxon) からイクザクト (EXACT) という商品名で市販されている。このコポリマーは、雰囲気温度において可融性ではなく、かつフィルムをロールに巻き取った時に塊にならない（すなわち下地層に粘着しない）フィルムを形成する。

剥離ライナーの第1層の好ましい態様において、 $0.90 \text{ g/cc}$ 以下の密度を有するコポリマーから本質的に構成され、密度が $0.91 \text{ g/cc}$ 以上のポリエチレンを実質上含まない。

本発明において使用されるように、剥離ライナー、ライナーおよび剥離フィルムという用語は、交互に使用される。剥離フィルムは、第2層を含まない単一自己支持性フィルムとしてコポリマーを押出すことにより調製できる。フィルム厚は、約0.1～約0.4 mmの範囲であってよいが、厚さは、一般に、剥離ライナーに必要とされる強度、フィルムの取り扱い性、ライナーに必要とされる可撓性等のような考慮すべき事項に依存する。

剥離フィルムは、コポリマーをベース材料上に押出すことによって、またはコポリマーを1種またはそれ以上の他のポリマーと同時に押出すことによって調製し、多層フィルムを形成して、付加的な強度および／または剛性を与えることが

できる。適するベース材料の例としては、紙、不織繊維のようなセルロース材料、ナイロン、ポリエステル、ポリオレフィン、アクリロニトリルブタジエンスチレンのようなフィルム、および金属、セラミック、またはプラスチックのような物質から製造されたシート材料が挙げられる。コポリマーフィルムを、適当なラミネート用接着剤を用いてベース材料に付着することもできる。ベース材料は、熱成型または真空成形に適するシート材料であり得るため、感圧接着剤塗布した部分を保持するために剥離表面を有するトレーを形成することができる。

ベース層上のコポリマーフィルムの厚さは、所望の剥離力を提供するのに十分であるべきであり、かつ自己支持性シートにおいてよりも薄くてよい。

典型的には、フィルムを、マットな仕上げまたは平滑な仕上げのような様々な表面を有するチルロール上に押出して、剥離ライナー上にマットなもしくは光沢のある表面を提供する。チルロールを、テフロン(Teflon、登録商標)またはプラズマコーティングの如く、材料で処理または被覆して、押出物がロール表面に付着しないようにすることができる。シリコーンゴムロールを、この目的に使用してもよい。さらに、押出成形したフィルムは、一方の面に光沢のある表面およびもう一方の面にマットな表面を提供するためにチルロールと平滑なポリエステルフィルムの間に、または2つの光沢のある表面を提供する場合には2枚のポリエステルライナーの間に押出すこともできる。

多層フィルムは、既知の同時押出法によって調製できる。コポリマーと同時押出できる他のポリマーとしては、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリブテン、およびそれらの混合物のようなポリオレフィン、並びにポリエステルが挙げられる。ポリオレフィンとの同時押出は、リサイクル可能なまたは再使用可能なライナーを作製するのに特に有用である。

多層フィルム構造物において、ポリマーおよびコポリマーは、差のある剥離を示すように選択できる（すなわち、感圧接着剤は、一方の面から剥離するよりも著しく低い力でもう一方の面から剥離される。）。

第1層のコポリマーと同時押出するのに好ましいポリマーは、ポリブチレンホモポリマーおよびコポリマーを包含する。ポリブチレンホモポリマーは、フィル

ムに強度を与え、さらに差の大きい剥離ライナーとしても役立つため、剥離フィルム第2層において特に好ましい。剥離フィルムのベース層または第2層に用いるのに有用なホモポリマーはポリブチレンである。有用なポリブチレンホモポリマーおよびコポリマーは、シェル・ケミカル・カンパニー(Shell Chemical Co.)からデュラフレックス(DURAFLEX)という商品名で市販されている。アクリレート系感圧接着剤は、ポリエチレンコポリマー表面からよりも、ポリブチレン表面からの方がより高い剥離力を有するものと考えられる。

ある利用では、感圧接着剤の幅よりもわずかに大きなライナー幅を有することが望まれる。このことは、特に、より厚い(すなわち、約0.5 mmを超える)感圧接着剤に当てはまり、ロールに巻くときにわずかに流動でき、また、より大きな幅は、接着剤がテープの隣接するラップ上に流れ出させずにかつテープのブロッキングを引き起こさないようにするのを助ける。

これらの利用において、短時間(すなわち、約1秒未満)応力を加えたときに、その伸びの100%未満を回復するフィルムを形成するベース材料または同時押出成型した材料を使用することが好ましい。例えば、長さが1.0 cmのフィルムを長さ2.0 cmまで延伸して緩和すると、フィルムは、1.0 cmを超える長さまで回復するであろう。

感圧接着剤変換テープを作製する典型的な方法において、接着剤組成物を剥離ライナー上に塗布する。その後、接着剤を硬化して、ライナー上にゲル化したフィルムを形成し、接着剤を含む剥離ライナーを、大きなロールに巻き取る。あるいは、接着剤をライナー上に塗布して硬化した後、変換する前に別のライナー上にしてよい。次に、接着剤塗布したシートを、利用者の用途のために大きなロールをスリットしてコア上に狭い幅のテープを巻き取ることにより、狭いロールに変換する。

厚い(すなわち、約0.5 mmを超える)シートを変換している間に、スリットナイフまたは安全カミソリを、裏面からシート材料に突き刺す。ナイフがライナーと接着剤に突き刺さると、ナイフの幅は、十分な力で、ライナーと接着剤の両者を延伸しようとする。スリットした後、事実上弾性である接着剤は、スリッ

ト幅まで収縮するが、ライナーは、100%未満回復するため、接着剤よりもわずかに広い。

剥離フィルムの第2層では、ポリブチレンホモポリマー、および少量の（すなわち、5%以下の）エチレンのようなコモノマーを含んで成るポリブチレンコポリマーが、低い伸び回復を有するフィルムを提供するのに特に好ましいことが分かった。理論によって束縛しようとするものではない限り、ポリブチレンは、スリット中に応力を加えるかまたは延伸すると、見掛け上、歪んで結晶化し、その結晶化が、伸びの回復を阻止する。本発明のライナーは、アクリレート系感圧接着剤用の剥離フィルムとして有用である。そのような接着剤としては、炭素数約1~20、好ましくは4~12の非分枝アルコールの単官能不飽和アクリル酸またはメタクリル酸エステルモノマーのホモポリマーおよびコポリマーが挙げられる。場合により、接着剤の凝集強度を高めるために、コモノマーを包含している。コポリマーを作製するのに有用なコモノマーは、典型的に、アクリル酸エステルホモポリマーのガラス転移温度よりも高いホモポリマーガラス転移温度を有する。

適するアクリル酸エステルモノマーとしては、2-エチルヘキシルアクリレート、イソオクチルアクリレート、イソノニルアクリレート、n-ブチルアクリレート、デシルアクリレート、ドデシルアクリレート、およびそれらの混合物が挙げられる。好ましいモノマーとしては、イソオクチルアクリレート、n-ブチルアクリレート、およびそれらの混合物が挙げられる。

有用な強化コモノマーとしては、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、アクリルアミド、置換アクリルアミド、N-ビニルピロリドン、N-ビニルカプロラクタム、イソボルニルアクリレート、およびシクロヘキシルアクリレートが挙げられる。好ましいコモノマーとしては、N-ビニルカプロラクタム、N,N-ジメチルアクリルアミドのような置換アクリルアミド、およびイソブチルアクリレートが挙げられる。

本発明を実施して感圧接着剤を作製するために、適する開始剤を使用する。開始剤の種類および量は、用いる重合の種類を達成するのに適するように選択する

(例えば、紫外光重合性接着剤の場合には、ベンジルジメチルケタールのような光重合開始剤をモノマー100部に対して約0.1～約5部の量で用いることができ、溶媒重合の場合には、2,2'-アゾビス(イソブチロニトリル)をモノマー100部に対して約0.1～約2部の量で使用してよい。)

感圧接着剤は、架橋剤、フィラー、ガス種、発泡剤、ガラスまたはポリマー製微小球、シリカ、炭酸カルシウム繊維、界面活性剤等のような添加剤も包含し得る。所望の特性をもたらすのに十分な量の添加剤を包含する。

感圧接着剤は、エポキシおよびウレタンのような熱硬化性樹脂も含有してよく、それらは、感圧接着テープを表面に適用した後、熱硬化して熱硬化性接着剤を形成できる。

感圧接着剤は、溶媒重合、電子線、 $\gamma$ 放射線、および紫外線による放射線重合、エマルジョン重合等を含む産業上既知の方法により調製できる。感圧接着剤を作製する方法は、例えば、米国特許第Re 24,906号[ウルリッチ(Ulrich)]に開示されている。

以下の非限定的な実施例は、本発明の具体的な態様を示すのに役立つ。

#### 試験手順

##### 引き剥がし角度90°における剥離力

剥離ライナーフィルムを、2.54 cm×40.64 cmの試験片に切断する。幅5.08 cm、長さ30.48 cmの金属板上に感圧接着剤試料をラミネートする。次に、6.8 kgのローラーで2回パスして、剥離ライナーフィルムを接着剤にラミネートする。その後、試料を室温(21℃)で3時間エージングする。試料をその後、引き剥がし接着試験機に置いて、剥離ライナーを90°の引き剥がし角度において、228.6 cm/分および30.48 cm/分の引き剥がし速度で除去する。結果をg/2.54 cm幅で記録する。

##### 実施例1～3

エチレンとブテン-1との低密度のコポリマーフィルムを厚さ約0.11 mmに押出すことにより、剥離フィルムを調製した。使用したコポリマーを表1に示す。L/D=25:1および幅20.32 cmのダイを装備した1.905 cm-

軸押出機を用いて押出を行った。融点が約182～193℃の範囲の場合、ダイ温度を約204℃に保持した。フィルムを2つの未処理のポリエステルフィルムの間に押出して、2つの光沢のある表面を有するフィルムを製造した。米国特許第Re24,906号（ウルリッチ）の記載と同様にして溶媒重合により生成し、組成がイソオクチルアクリレート90部／アクリル酸10部のアクリレート感圧接着剤に対する接着性について、剥離ライナーを試験した。剥離値を表1に示す。

#### 比較例C-1

実施例1～3と同様の接着剤上において、シリコーン被覆した剥離紙を試験した。結果を表1に示す。

表1

実施例	コポリマー 識別	コポリマー 密度(g/cc)	剥離力(g/2.54cm)	
			228.6cm/分	30.48cm/分
1	イクザクト3022	0.905	31.3	43.1
2	イクザクト4003	0.895	24.9	22.0
3	イクザクト4006	0.880	14.6	9.4
C	シリコーン ライナー	—	45.7	41.1

\*試料を228.6cm/分で引き剥がした後、再度ラミネートし、30分間エージングして、30.48cm/分で試験した。

#### 実施例4

密度0.88g/ccのエチレン-ブテンコポリマー〔エクソン・ケミカル製イクザクト4006（登録商標）〕の厚さ0.051mmの層と、ポリブチレン〔シェル・ケミカル・カンパニー製デュラフレックス（登録商標）200〕の厚さ0.127mmの層を有するフィルムを同時押出することにより、剥離ライナーを調製した。層は両者共、赤色顔料〔アンパセット(AMPACET)製#150020〕2重量%を包含していた。フィルム成分それぞれについて一軸押出機を使用した。ポリブチレンについてのバレル温度は、149℃、177℃、および204℃であり、コポリマーについてのバレル温度は、171℃、182℃、および193℃であった。ダイ温度を約204℃に保持した。平滑なポリエステルフィルムとテフロン

(登

録商標) 塗布したロールの間にフィルムを押出して、剥離フィルムのコポリマー面にはマットな仕上げを、およびポリブチレン面には光沢のある表面を提供した。

以下のようにして、2層テープ構造物を調製した。以下を混合することによって第1組成物を調製した。

ブチルアクリレート	80部
N,N-ジメチルアクリルアミド	20部
ビスフェノールAのジグリシジルエーテル	20部
[シェル・ケミカル・カンパニー製エポン (Epon、登録商標) 828]	
ビスフェノールAのジグリシジルオリゴマー	80部
[シェル・ケミカル・カンパニー製エポン1001]	
ポリカプロラクトン	5部
[ユニオン・カーバイド(Union Carbide)製トーン(Tone、登録商標)P676]	
ヘキサンジオールジアクリレート	0.05部
ベンジルジメチルケタール	0.16部
[サートマー(Sartomer)製エスカキュアー(ESCACURE、登録商標)KB-1]	
発泡剤	0.6部
[デュポン・カンパニー(DuPont Co.)製ヴァゾ(Vazo、登録商標)88]	
3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン	0.15部
ミクロ化ヘキサキス (イミダゾール)	1.2部
ニッケルフタレート	
四臭化炭素	0.4部
酸化防止剤	0.1部
[チバ・ガイギー(Ciba Geigy)製イルガノックス(Irganox、登録商標)1010]	
ミクロ化ジシアンジアミド	2.8部
[エス・ケイ・ダブリュー・ケミカル(SKW Chemical)製ダイハード(DYHARD、登録商標)100]	



## ガラスバブル

4.0部

[ミネソタ・マイニング・アンド・マニュファクチュアリング・カンパニー(Min

nesota Mining &amp; Manufacturing)製C15-250]

## シリカ

4.0部

[キャボット・コーポレイション(Cabot Corp.)製キャーボ-シル(Cab-0-Sil)M5]

組成物を脱気し、2枚の透明なシリコン剥離処理したポリエステルフィルムの間に厚さ0.51mmで塗布した。その後、塗布した組成物を、放射光の90%が300~400nmでかつ最大波長が351nmである紫外線ランプでウェブの両面上において照射して、シートを形成した。ウェブ上部での強度および合計エネルギーはそれぞれ、 $2.19\text{ mW/cm}^2$ および $114\text{ mJ/cm}^2$ であった。ウェブの下部での強度および合計エネルギーはそれぞれ、 $2.04\text{ mW/cm}^2$ および $106\text{ mJ/cm}^2$ であった。

ブチルアクリレート40部をN-ビニルカプロラクタム40部と共に約50℃に加熱して溶液を形成することによって、第2組成物を調製した。次に、以下の物質を溶液に添加した：ブチルアクリレート20部、ビスフェノールAの水素化ジグリシジルエーテル80部[シェル・ケミカル・カンパニー製エポネックス(Eponex、登録商標)1510]、メチルメタクリレート/ブチルメタクリレートコポリマー[ローム・アンド・ハース(Rohm & Haas)製アクリロイド(Acryloid、登録商標)B60]80部、ベンジルジメチルケタール0.14部、ジシアンジアミド6部、2,4-ジアミノ-6[2'-メチルイミダゾリル-(1')]エチル-s-トリアジン[エアー・プロダクツ(Air Products)製クレゾール(Curezol、登録商標)2MZアジン(Azine)]3部、およびキャーボ-シル(登録商標)M5シリカ4.5部。その後、組成物を脱気した。第1組成物から作製した上述のシートから一方のポリエステルフィルムを除去し、シート上に脱気した第2組成物を厚さ1.524mmで塗布した。塗布した組成物をシリコン塗布したポリエステルフィルムで被覆し、ウェブを上述と同様にして照射した。ウェブ上部での強度および合計エネルギーはそれぞれ、 $2.25\text{ mW/cm}^2$ および $458\text{ mJ/cm}^2$ であった。ウェブの下部での強度および合計エネルギーはそれぞれ、 $2.09\text{ mW/cm}^2$ および

426 mJ/cm<sup>2</sup>であった。ポリエステルライナーを除去して、コポリマー表面と接触した第1組成物の層、およびポリブチレン表面と接触した第2組成物の

層を有する剥離ライナーにテープをラミネートした

テープをスリットすることによりシートを幅約1.8 cmに変換した。スリット中に剥離ライナーを幅方向に延伸し、伸びを回復しなかった。得られたテープのロールでは、スリット接着剤の各面上にライナー約0.79 mmがわずかに張り出していた。

30.48 cm/分で引き剥がした時のポリブチレン面に対するテープの接着性は36.0 g/2.54 cmであり、またコポリマー面では16.7 g/2.54 cmであった。

#### 実施例 5

実施例4の第1組成物を厚さ0.762 mmに塗布して、第1層を形成したこと以外は、実施例4と同様にして2層構造のテープを調製した。ウェブ上部の合計エネルギーおよび強度がそれぞれ、170 mJ/cm<sup>2</sup>および2.27 mW/cm<sup>2</sup>、およびウェブの下部ではそれぞれ、133 mJ/cm<sup>2</sup>および1.77 mW/cm<sup>2</sup>である上述の紫外線ランプを用いて第1層を硬化した。

実施例4と同様にして、第2組成物を、硬化した第1層上に厚さ1.524 mmで塗布した。上述と同様にして、ウェブ上部の合計エネルギーおよび強度がそれぞれ、538 mJ/cm<sup>2</sup>および2.34 mW/cm<sup>2</sup>、並びにウェブの下部での強度および合計エネルギーがそれぞれ、482 mJ/cm<sup>2</sup>および2.10 mW/cm<sup>2</sup>において、2層構造のテープを硬化した。実施例4に従って、硬化した2層構造のテープを剥離ライナーにラミネートした。

本実施例の2層構造のテープは、自動車の屋根の溝(roof ditch)をシールする利用において特に有用である。

【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No <b>PCT/US 95/01270</b>		
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> <b>IPC 6 C09J7/02</b>		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) <b>IPC 6 C09J</b>		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<b>PATENT ABSTRACTS OF JAPAN</b> vol. 017, no. 406 (C-1090) 29 July 1993 & JP,A,05 078 628 (SEKISUI CHEM. CO. LTD.) 30 March 1993 see abstract ---	1
A	<b>WO,A,93 06182 (MINNESOTA MINING AND MANUFACTURING COMPANY)</b> 1 April 1993 see claims 1,7 ---	1
A	<b>EP,A,0 460 841 (MINNESOTA MINING AND MANUFACTURING COMPANY)</b> 11 December 1991 see claims 1,5,6,20 see page 2, line 53 - line 57; figure 1 --- -/--	1
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div> <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.         </div> <div> <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.         </div> </div>		
* Special categories of cited documents : <div style="display: flex;"> <div style="flex: 1;">           "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance            "E" earlier document but published on or after the international filing date            "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)            "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means            "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed         </div> <div style="flex: 1;">           "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention            "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone            "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.            "A" document member of the same patent family         </div> </div>		
Date of the actual completion of the international search <b>17 July 1995</b>		Date of mailing of the international search report <b>31. 07. 95</b>
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5811 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer <b>Niaounakis, M</b>

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Application No  
PCT/US 95/01270

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	<p>DATABASE WPI Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 86-172263[27] &amp; JP,A,61 103 976 (NITTO ELECTRIC IND. KK) 22 May 1986 see abstract</p>	1
A	<p>GB,A,676 559 (JOHNSON &amp; JOHNSON LIMITED) 30 July 1952 see claims see page 2, line 34 - line 47 see page 2, line 75 - line 103 -----</p>	1,11

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

Intern. Application No

**PCT/US 95/01270**

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
<b>WO-A-9306182</b>	<b>01-04-93</b>	<b>US-A- 5242726</b>	<b>07-09-93</b>
		<b>EP-A- 0605451</b>	<b>13-07-94</b>
		<b>JP-T- 6511025</b>	<b>08-12-94</b>
<b>EP-A-0460841</b>	<b>11-12-91</b>	<b>US-A- 5167995</b>	<b>01-12-92</b>
		<b>AU-B- 632938</b>	<b>14-01-93</b>
		<b>AU-A- 7707891</b>	<b>12-12-91</b>
		<b>CA-A- 2041576</b>	<b>09-12-91</b>
		<b>JP-A- 4226184</b>	<b>14-08-92</b>
<b>GB-A-676559</b>		<b>NONE</b>	

---

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>

// C 0 9 K 3/00

識別記号

庁内整理番号

F I

7419-4H

C 0 9 K 3/00

R